


**Espacenet**

## Bibliographic data: DE 3922601 (A1)

**Low temp. plasma finishing of fabric, fibre, filament or yarn - using batch technique and pref. reactive gas giving uniform result**

**Publication date:** 1991-01-17

**Inventor(s):** GRUENWALD HEINRICH DR [DE]; RACH GEB WITKOWSKI [DE]; GREIFENEDER KARL DIPL ING [DE]; TRUCKENMUELLER KURT DIPL ING [DE] +

**Applicant(s):** PLASMA ELECTRONIC GMBH [DE] +

**Classification:**  
 - **International:** **B29C59/14; D06M10/02;** (IPC1-7): D06B19/00; D06M10/00; H05H1/42  
 - **European:** B29C59/14; D06M10/02B

**Application number:** DE19893922601 19890710

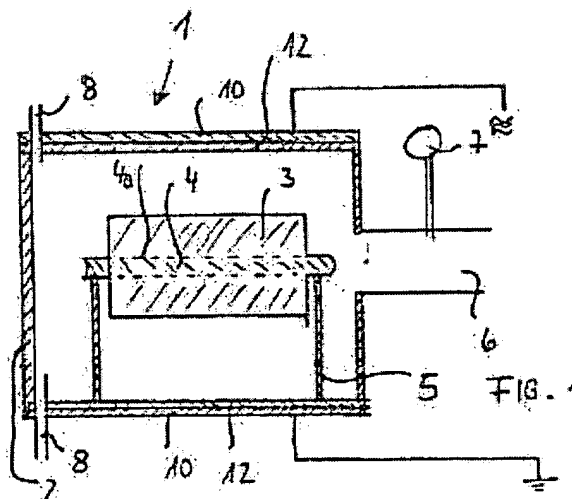
**Priority number(s):** DE19893922601 19890710

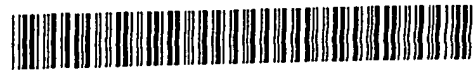
**Also published as:** • DE 3922601 (C2)

**Cited documents:** DE3312432 (A1) DE3312307 (A1) DE3300095 (A1) DE3248730 (A1) [View all](#)

### Abstract of DE 3922601 (A1)

Low temp. plasma treatment for finishing fabrics or fibres, filaments and/or yarns used to make these is carried out on a batch, through which a gas is passed during plasma treatment. Treatment is pref. carried out at 5-500, pref. 50-300, esp. 70-200 Pa, esp. first at 5-120, pref. 70-120 Pa and then at 130-250, pref. 130-200Pa. The second treatment is carried out immediately after the first and both may be repeated alternately. The pressure is increased or decreased continuously between the 2 treatment periods, each of which lasts 10-160, pref. 20-60 s; and the total plasma treatment time is 2-30 min. The plasma frequency is 1-20, pref. 13.56, or 27.12, 40.68 and/or 81.36 MHz and power density 2-25, pref. 8-14 W/dm<sup>3</sup>; or the frequency is 2.45 GHz, pressure 0.1 to 1000, pref. 70-120 Pa and power density 0.1-5, pref. 1.5-3 W/dm<sup>3</sup>. A reactive gas is used, pref.; O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, SiCl<sub>4</sub>, CCl<sub>4</sub>, CF<sub>3</sub>Cl, CF<sub>4</sub> and/or SF<sub>6</sub>. The batch is produced by winding the fabric, filament or yarn on a perforated (metal) spool and the gas is passed alternately from the outside to the inside and from the inside to the outside of the spool. **USE/ADVANTAGE** - This technique ensures that treatment is very uniform over the entire length and breadth. It is esp. useful for treating polyesters, polyamides, polypropylene and polyethylene.





①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑩ DE 39 22 601 C 2

⑥① Int. Cl.®:  
D 06 M 10/00  
D 06 B 19/00  
H 05 H 1/42

②① Aktenzeichen: P 39 22 601.8-43  
②② Anmeldetag: 10. 7. 89  
④③ Offenlegungstag: 17. 1. 91  
④⑤ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 20. 7. 95

DE 39 22 601 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:  
Buck Werke GmbH & Co, 73337 Bad Überkingen, DE

⑦④ Vertreter:  
Hoormann, W., Dipl.-Ing. Dr.-Ing., 28209 Bremen;  
Goddar, H., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte,  
80801 München; Stahlberg, W.; Kuntze, W.; Kouker,  
L., Dr.; Huth, M.; Ebert-Weidenfeller, A., Dr. jur.,  
28209 Bremen; Nordemann, W., Prof. Dr., 10719  
Berlin; Nordemann, A., Dr.jur., Rechtsanwälte, 28717  
Bremen; Liesegang, R., Dipl.-Ing. Dr.-Ing., 80801  
München; Winkler, A., Dr.rer.nat., 28209 Bremen;  
Tönhardt, M., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte,  
40593 Düsseldorf; Vinck, K., Dr.; Hertin, P., Prof. Dr.;  
vom Brocke, K., 10719 Berlin; Omsels, H., 80801  
München; Hummel, H.; Pasetti, M., Dr., 10719 Berlin;  
Titz, G., Rechtsanwälte, 04103 Leipzig

⑦⑤ Erfinder:  
Grünwald, Heinrich, Dr., 7413 Gomaringen, DE;  
Rach, geb. Witkowski, Eva-Morena, 77257 Ditzingen,  
DE; Greifeneder, Karl, Dipl.-Ing., 7100 Heilbronn, DE;  
Truckenmüller, Kurt, Dipl.-Ing., 7101 Flein, DE

⑥⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

DE	33 12 432 A1
DE	33 12 307 A1
DE	33 00 095 A1
DE	32 48 730 A1
DE	32 48 590 A1

⑤④ Verfahren und Vorrichtung zur Niedertemperatur-Plasmabehandlung von textilen Substraten

DE 39 22 601 C 2

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 1 sowie eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens mit den Merkmalen des Oberbegriffs des Patentanspruchs 15.

Es sind bereits Verfahren bzw. Vorrichtungen beschrieben worden, um Flächengebilde bzw. Garne einer Niedertemperatur-Plasmabehandlung zu unterwerfen.

So beschreibt die DE-OS 33 12 307 eine Vorrichtung bzw. ein Verfahren zur Niedertemperatur-Plasmabehandlung von Geweben und Garnsträngen. Hierbei wird eine endlose Warenbahn des Gewebes bzw. der Warenbahn zwischen zwei Wickelkörpern umgerollt, wobei zwischen dem ersten Wickelkörper und dem mit Abstand vom ersten Wickelkörper angeordneten zweiten Wickelkörper ein plattenförmiges Elektrodenpaar vorgesehen ist. Beim Umwickeln der endlosen Warenbahn des Gewebes bzw. des Garnstranges wird das Gewebe bzw. der Garnstrang zwischen den beiden Platten des Elektrodenpaares mit einer kontinuierlichen Geschwindigkeit hindurchgeführt, so daß bei dem bekannten Verfahren bzw. bei der bekannten Vorrichtung stets nur eine einlagige Niedertemperatur-Plasmabehandlung erfolgt.

Ähnliche Verfahren bzw. Vorrichtungen zum kontinuierlichen Behandeln von Textilprodukten mit Hilfe eines Niedertemperatur-Plasmas sind auch in den Druckschriften DE 33 12 432 A1, DE 33 00 095 A1, DE 32 48 730 A1 sowie DE 32 48 590 A1 offenbart.

Derartige, an einer kontinuierlich bewegten Warenbahn eines Gewebes bzw. eines Garnstranges durchgeführte Verfahren sind nicht unproblematisch. So kann es beispielsweise hierbei beim Umwickeln der Warenbahn zu einer Störung beim Aufwickelvorgang kommen, d.h. beispielsweise das Gewebe wird nicht Kante auf Kante gewickelt, was wiederum dazu führt, daß eine unerwünschte Verlegung und die Gefahr eines Ausschießens des Wickels auftritt. Dies wiederum führt dazu, daß eine manuelle Korrektur erforderlich wird, was jedoch sehr aufwendig ist, da hierfür die Niedertemperatur-Plasmabehandlung unterbrochen und der Autoklav belüftet werden muß. Darüber hinaus erfordern die bekannten Verfahren eine stets gleichbleibende Transportgeschwindigkeit, da ansonsten die durch die Niedertemperatur-Plasmabehandlung hervorgerufene Eigenschaftsveränderungen des behandelten Materials über die Länge der Warenbahn gesehen ungleichmäßig sind. Hierin sind auch die Gründe zu sehen, warum sich derartige Verfahren bis heute noch nicht in der Praxis durchgesetzt haben, zumal bei dem bekannten Verfahren bei einem relativ niedrigen Durchsatz ein hoher Aufwand erforderlich ist.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der angegebenen Art zur Verfügung zu stellen, das bei Flächengebilden oder bei den für die Herstellung von Flächengebilden verwendeten Fasern, Filamenten und/oder Garnen über deren Länge und ggf. Breite gesehen eine besonders gleichmäßige Behandlung ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst.

Erfindungsgemäß wird somit ein Verfahren zum Behandeln von Flächengebilden bzw. von für die Herstellung der Flächengebilde verwendeten Fasern, Filamenten und/oder Garnen mit Hilfe eines Niedertemperatur-

Plasmas, das man in Anwesenheit eines reaktionsfähigen Gases bei einem Druck zwischen  $10^{-1}$  Pa bis  $10^3$  Pa und einer Frequenz zwischen 1 MHz und 81,36 MHz oder von 2,54 GHz während einer gesamten Behandlungszeit von 2 bis 30 Minuten durchführt. Hierbei stellt man vor der Niedertemperatur-Plasmabehandlung aus den Flächengebilden bzw. aus den für die Herstellung der Flächengebilde eingesetzten Fasern, Filamenten und/oder Garnen zunächst ein Haufwerk her und unterwirft dann das Haufwerk der Niedertemperatur-Plasmabehandlung, wobei man während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung das nicht bewegt werdende Haufwerk mit einem Gas durchströmt. Im Gegensatz zum eingangs aufgeführten Stand der Technik wird somit beim erfindungsgemäßen Verfahren das jeweils zu behandelnde Substrat nicht in Form einer einlagigen Warenbahn, sondern als Haufwerk plasmabehandelt, wobei unter Haufwerk jede geordnete, gleichmäßig zu durchströmende viellagige Anordnung des zu behandelnden Substrates, beispielsweise bei Faserbändern (Kartenbänder), Filamenten, Garnen oder Flächengebilden in Form eines Wickelkörpers, bei Fasern, Filamenten, Garnen in Form eines Muffs oder Stranges oder bei Fasern (Flocke) in Form eines Preßkuchens, zu verstehen ist.

Im vorliegenden Text soll unter Flächengebilde jedes dreidimensionale textile Gebilde, wie beispielsweise ein Gewebe, eine Wirkware, eine Maschenware, ein Vlies, ein Kardenband oder ein Velours, verstanden werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist eine Reihe von Vorteilen auf. So erlaubt es in besonders einfacher Weise eine Behandlung der zuvor genannten Substrate, da hierbei diese Substrate nicht, wie beim eingangs aufgeführten Stand der Technik, während des Umrollens plasmabehandelt werden, sondern die Substrate während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung stationär verbleiben, so daß die zuvor beschriebenen Störungen bei dem erfindungsgemäßen Verfahren nicht auftreten können. Dies wiederum führt dazu, daß die Niedertemperatur-Plasmabehandlung nicht unterbrochen werden muß, was die Reproduzierbarkeit und Gleichmäßigkeit der durch das erfindungsgemäße Verfahren hervorgerufenen Effekte sicherstellt. Auch konnte überraschenderweise festgestellt werden, daß die durch die Niedertemperatur-Plasmabehandlung verursachten Effekte über die Dicke des Haufwerkes gleichmäßig sind, so daß keine Unterschiede in den Behandlungseffekten zwischen den inneren Lagen, den mittleren Lagen und den äußeren Lagen des Haufwerkes auftreten. Als Ursache hierfür wird vermutet, daß offensichtlich die durch die Niedertemperatur-Plasmabehandlung gebildeten Elektronen, Ionen, neutrale Moleküle und/oder radikale, die unter Vernetzung, Oxydation, Aufrauung und/oder Ätzung mit der Oberfläche des jeweils behandelten Materials reagieren, gleichmäßig über die Dicke des Haufwerkes verteilt werden, so daß die zuvor angesprochenen Ungleichmäßigkeiten über die Dicke des Haufwerkes gesehen bei dem erfindungsgemäßen Verfahren nicht auftreten. Diese gleichmäßige Verteilung hängt offensichtlich damit zusammen, daß das Haufwerk während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung mit dem Gas, das als Träger für die zuvor genannten Elektronen, Ionen, hochreaktiven Moleküle und/oder Radikale dient, ohne Ausbildung von Todgebieten gleichmäßig durchströmt wird und daß beispielsweise bei einer Durchströmung des Haufwerkes von innen nach außen gesehen in den inneren Lagen des Haufwerkes keine erhöhte Konzentration an Elektronen, Ionen, hochreakti-

ven Molekülen und/oder Radikalen ausgebildet werden. Vielmehr ist anzunehmen, daß sich stets eine gleichbleibende Sättigungskonzentration der zuvor genannten Teilchen auf der Oberfläche ausbildet, so daß ungleichmäßige Behandlungseffekte über die Dicke des Haufwerks gesehen nicht auftreten können. So konnte beispielsweise festgestellt werden, daß das Anfärbeverhalten, das durch eine Niedertemperatur-Plasmapehandlung beeinflusst wird, zwischen den inneren Substratlagen, den mittleren Substratlagen und den äußeren Substratlagen eines nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelten Substrates nicht verändert ist, was durch entsprechende Färberversuche und anschließender farbmetrischen Auswertung überprüft wurde. Auch die Netzfähigkeit, die insbesondere bei Synthesefasern durch eine Niedertemperatur-Plasmapehandlung beeinflusst wird, ergibt zwischen den inneren Lagen, den mittleren Lagen und den äußeren Lagen keine Unterschiede, wie dies anhand von entsprechenden Versuchen festgestellt werden konnte.

Auch besitzen Beschichtungen bzw. Pigmentdrucke, die auf Flächegebilde aufgebracht werden, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren vor dem Auftrag behandelt wurden, im Vergleich zu nicht behandelten Flächegebilden eine wesentlich bessere Haftung, was sich in einem verringerten Abrieb und in besseren Echtheiten ausdrückt. Darüber hinaus konnte festgestellt werden, daß Fasern, Filamente, Garne bzw. entsprechende Flächegebilde insbesondere aus Polyester, Polyamid und/oder Polypropylen, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt worden sind, einen wesentlich geringeren Oberflächenwiderstand im Vergleich zu nicht behandelten Substraten aufweisen, wobei dieser geringere Oberflächenwiderstand permanent war. Bei der Behandlung eines Polyäthylen- und eines Polypropylenfaservlieses konnte festgestellt werden, daß die Vliese jeweils im Vergleich zu einem entsprechenden nicht behandelten Vlies ein wesentlich höheres Wasseraufnahme- und Wasserspeichervermögen aufwiesen, so daß insgesamt aufgrund der zuvor beispielsweise beschriebenen günstigen Eigenschaftsänderungen des nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelten Substrates das erfindungsgemäße Verfahren bei einem hohen Warendurchsatz besonders wirtschaftlich und einfach durchführbar ist.

Üblicherweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Niedertemperatur-Plasmapehandlung bei einem Vakuum zwischen 5 Pa und 500 Pa durchgeführt. Besonders gute Ergebnisse erzielt man, wenn man die Niedertemperatur-Plasmapehandlung bei einem Vakuum zwischen 50 Pa und 300 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 200 Pa, ausführt.

Eine weitere Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß man die Niedertemperatur-Plasmapehandlung in mindestens zwei Behandlungsperioden durchführt, wobei sich diese Behandlungsperioden vorzugsweise durch den Behandlungsdruck unterscheiden. So sieht diese Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens vor, daß man zunächst während einer ersten Behandlungsperiode einen Druck zwischen 5 Pa und 120 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 120 Pa, und während einer sich hieran anschließenden zweiten Behandlungsperiode einen Druck zwischen 130 Pa und 250 Pa, vorzugsweise zwischen 130 Pa und 200 Pa, einstellt. Durch einen derartigen Druckwechsel wird erreicht, daß das Haufwerk besonders gut und gleichmäßig von dem Gas durchströmt wird, so daß Ungleichmäßigkeiten über die Dicke des

Haufwerks gesehen völlig vermieden werden. Vorzugsweise schließt sich die erste Behandlungsperiode unmittelbar an die zweite Behandlungsperiode an, und insbesondere werden beide Behandlungsperioden abwechselnd mehrfach wiederholt.

Bei der zuvor beschriebenen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es möglich, die unterschiedlichen Behandlungsdrücke der ersten und zweiten Behandlungsperiode abrupt einzustellen, d. h. die zuvor genannten Behandlungsdrücke sprunghaft zu erhöhen bzw. zu erniedrigen. Wird jedoch nach dem erfindungsgemäßen Verfahren ein Wickelkörper derart behandelt, so besteht die Gefahr, daß der Wickelkörper sich von der Trägerhülse ablöst, wodurch eine gleichmäßige Durchströmung des Wickelkörpers über dessen Dicke gesehen nicht mehr gewährleistet ist. Um dies zu vermeiden, sieht eine Weiterbildung der zuvor beschriebenen Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens vor, daß die Druckerhöhung beim Übergang von der ersten in die zweite Behandlungsperiode bzw. die Druckabsenkung beim Übergang von der zweiten in die erste Behandlungsperiode kontinuierlich, vorzugsweise in Form eines sinusförmigen Druckverlaufes, durchgeführt wird. Somit pulsiert das den Wickelkörper bzw. das Haufwerk durchströmende Gas mit einer Frequenz, die in ihrer Länge der Dauer der ersten und zweiten Behandlungsperiode entspricht.

Üblicherweise wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die erste und zweite Behandlungsperiode jeweils über einer Zeitdauer von 10 Sekunden bis 160 Sekunden, vorzugsweise zwischen 20 Sekunden und 60 Sekunden, durchgeführt.

Um bei dem erfindungsgemäßen Verfahren den Einfluß von Fremdgasen auszuschließen und somit das Ergebnis der Behandlung besonders reproduzierbar zu gestalten, sieht eine weitere Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens vor, daß man zu Beginn der Niedertemperatur-Plasmapehandlung einen Druck einstellt, der geringer ist als der Druck während der Niedertemperatur-Plasmapehandlung und daß man anschließend zur Einstellung des erforderlichen Behandlungsdruckes das Gas zuführt. Durch eine derartige Verfahrensweise wird ferner sichergestellt, daß bereits zu Beginn der Niedertemperatur-Plasmapehandlung das Gas das Haufwerk durchströmt, so daß Fremdgase innerhalb des Haufwerkes verdrängt werden.

Bezüglich der Frequenz bei der Niedertemperatur-Plasmapehandlung ist festzuhalten, daß diese insbesondere zwischen 1 MHz und 20 MHz variiert. Besonders gute Ergebnisse erzielt man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren, wenn die Frequenz der Niedertemperatur-Plasmapehandlung bei 13,56 MHz liegt.

Darüber hinaus besteht noch die Möglichkeit, die Niedertemperatur-Plasma-Behandlung bei einer Frequenz von 27,12, 40,68 und/oder 81,36 MHz durchzuführen. Selbstverständlich ist es möglich, die Niedertemperatur-Plasmapehandlung nicht nur bei einer Frequenz sondern auch bei mehreren Frequenzen vorzunehmen.

Bezüglich der Leistungsdichte bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ist festzuhalten, daß sich diese grundsätzlich nach der Menge des Haufwerkes, der durch die Niedertemperatur-Plasmapehandlung herbeigeführten Effekte und der ausgewählten Frequenzen richtet. Üblicherweise variiert bei den zuvor genannten Frequenzen die Leistungsdichte bei der Niedertemperatur-Plasmapehandlung zwischen 2 W/dm<sup>3</sup> und 25 W/dm<sup>3</sup>, vorzugsweise zwischen 8 W/dm<sup>3</sup> und 14 W/dm<sup>3</sup>, wobei die zuvor genannten Leistungen auf das Volumen des jeweils

verwendeten Autoklaven bezogen sind.

Besonders gute Ergebnisse lassen sich bei einer weiteren Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens erzielen, wenn man bei einer Frequenz der Niedertemperatur-Plasmabehandlung von 2,45 GHz arbeitet. Hierbei variiert der Druck vorzugsweise zwischen 70 Pa und 120 Pa, während die Leistungsdichte bei einer derartigen Behandlung zwischen  $0,1 \text{ W/dm}^3$  und  $5 \text{ W/dm}^3$ , vorzugsweise zwischen  $1,5 \text{ W/dm}^3$  und  $3 \text{ W/dm}^3$ , liegt.

Grundsätzlich kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren jedes Gas eingesetzt werden, das unter Einfluß der Gasentladung Ionen, hochreaktive Moleküle, Radikale und/oder Elektronen bildet bzw. emittiert, die dann entsprechend, wie vorstehend ausgeführt, unter Vernetzung, Oxidation, Aufräuhung und/oder Ätzung der Oberfläche des plasmabehandelten Materials reagieren. So können beispielsweise als Gas bei dem erfindungsgemäßen Verfahren  $\text{O}_2$ ,  $\text{O}_3$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CF}_3$ ,  $\text{Cl}$ ,  $\text{CF}_4$  und/oder  $\text{SF}_6$  sowohl als Einzelgase als auch als Gasgemische eingesetzt werden, wobei besonders gute Ergebnisse unter Verwendung von Sauerstoff erzielt werden. Ist hingegen bei dem erfindungsgemäßen Verfahren eine chemische Modifizierung der Oberfläche, beispielsweise eine Plasmapolymerisation oder Plasmafropfpolymerisation, erwünscht, so werden hierfür entsprechende Monomeren eingesetzt, die selbstvernetzen und/oder mit der Oberfläche des behandelten Substrates reagieren.

Die Behandlungszeit bei dem erfindungsgemäßen Verfahren, die, wie bereits erwähnt, zwischen 2 Minuten und 30 Minuten beträgt, richtet sich wie die Leistungsdichte nach der Menge des Haufwerkes und dem Ausmaß der gewünschten Effekte.

Wird das erfindungsgemäße Verfahren bei Flächengebilden, Filamenten bzw. Garnen angewendet, so stellt man vorzugsweise das Haufwerk durch Aufwickeln der Flächengebilde, Filamente bzw. Garne auf eine perforierte Hülse her, so daß ein so hergestellter Wickelkörper entsprechend gut von dem Gas durchströmt werden kann. Besonders vorteilhaft hierbei ist, wenn man eine perforierte Metallhülse verwendet, da man diese Metallhülse noch als weitere Elektrode einsetzen kann, wie dies nachfolgend noch beschrieben wird.

Um eine besonders gleichmäßige und gute Durchströmung des Haufwerkes mit dem Gas sicherzustellen, was insbesondere bei großvolumigen und/oder dichten Haufwerken erforderlich ist, bietet es sich an, das Haufwerk abwechselnd von außen nach innen und von innen nach außen mit dem Gas zu durchströmen. Dies kann man bei dem erfindungsgemäßen Verfahren beispielsweise dadurch erreichen, daß man in der zuvor beschriebenen ersten Behandlungsperiode das Haufwerk von innen nach außen und in der sich hieran anschließenden zweiten Behandlungsperiode das Haufwerk von außen nach innen oder umgekehrt durchströmt, so daß zusätzlich zu der zuvor beschriebenen Druckänderung während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung auch die Strömungsrichtung des Gases geändert wird.

Der Erfindung liegt ferner die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zur Verfügung zu stellen, die unter Verwendung von relativ wenigen Bauteilen eine besonders einwandfreie und gleichmäßige Behandlung des Substrates ermöglicht.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch eine Vorrichtung mit den kennzeichnenden Merkmalen des Patentanspruchs 15 gelöst.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens weist eine im wesentlichen zylindrische Reaktionskammer, mindestens zwei mit Abstand voneinander angeordnete Elektroden, eine Spannungsquelle für die Elektroden, eine mit einer Gasabführeinrichtung verbundene Vakuumquelle sowie eine Gaszuführeinrichtung auf. Hierbei ist innerhalb der Vorrichtung eine Halterungseinrichtung für das Haufwerk vorgesehen, während die Elektroden derart angeordnet sind, daß sich das Haufwerk zwischen den Elektroden erstreckt.

Die zuvor beschriebene Vorrichtung weist den Vorteil auf, daß sie im Vergleich zu dem eingangs beschriebenen Stand der Technik gemäß der DE-OS 33 12 307 eine relativ kleine Baugröße besitzt, da bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung auf großvolumige Ab- bzw. Aufwickelvorrichtungen und zugehörige Antriebsaggregate verzichtet werden kann. Dies wiederum führt dazu, daß die Vakuumquelle, bei der es sich vorzugsweise um eine konventionelle Vakuumpumpe handelt, im Vergleich zum eingangs aufgeführten Stand der Technik in ihrer Leistung entsprechend geringer dimensioniert werden kann, so daß die erfindungsgemäße Vorrichtung unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten besonders günstig herzustellen und zu betreiben ist.

Bezüglich der Ausgestaltung und Anordnung der Elektroden bestehen bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung mehrere Möglichkeiten.

So sieht eine erste Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung vor, daß die Elektroden im Querschnitt bogenförmig gekrümmt sind und nahezu vollständig die Halterungseinrichtung und damit auch das Haufwerk umschließen. Dies kann beispielsweise dadurch erreicht werden, daß die Elektroden von Wandungsabschnitten der zylindrischen Reaktionskammer gebildet werden, wobei es hierbei erforderlich ist, daß diese Abschnitte aus einem elektrisch leitenden Material bestehen und die entsprechenden Elektrodenabschnitte durch eine elektrisch isolierende Schicht voneinander getrennt sind.

Eine bevorzugte Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, daß die zylindrische Reaktionskammer aus zwei Halbschalen besteht, wobei diese beiden Halbschalen, die aus einem Metall angefertigt sind, das Elektrodenpaar bilden. Hierbei sind diese Halbschalen, wie bereits vorstehend beschrieben, durch eine elektrisch isolierende Schicht miteinander verbunden.

Eine weitere Möglichkeit besteht darin, daß die Reaktionskammer aus einem elektrisch nicht leitenden Material, beispielsweise Glas, angefertigt ist, und innerhalb oder außerhalb der Reaktionskammer die Elektroden angeordnet sind. Bei einer derartigen Ausführungsform können beispielsweise die Elektroden ebenfalls aus zwei metallischen Halbschalen bestehen, die sich entlang der Innenwandung oder entlang der Außenwandung der Reaktionskammer erstrecken.

Selbstverständlich kann bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung jede Elektrode auch aus einer Reihe von Einzelelektroden, beispielsweise zwischen 4 und 12, bestehen, die unterschiedlich innerhalb der Reaktionskammer positioniert sein können.

Wird beispielsweise das jeweils zu behandelnde Substrat vor der Behandlung auf eine perforierte Hülse gewickelt, so sieht eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung vor, daß innerhalb der perforierten Hülse mindestens eine weitere Elektrode angeordnet ist. Hierbei ist die zugehörige Gegenelek-

trode bzw. sind die zugehörigen Gegenelektroden außerhalb des Haufwerkes in der Reaktionskammer angeordnet. Die hierzu erforderliche Gegenelektrode bzw. die Gegenelektroden besteht bzw. bestehen dann beispielsweise aus einem Abschnitt der Wandung der Reaktionskammer, sofern dieser Wandungsabschnitt aus Metall besteht.

Eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, daß die Hülse selbst, die aus Metall besteht, mindestens eine Elektrode bildet. Ebenso kann man die Hülse aus zwei entsprechenden Halbschalen, die gegeneinander elektrisch isoliert sind, fertigen und so zwei Elektroden erhalten.

Um eine besonders gute und gleichmäßige Durchströmung des Haufwerkes zu gewährleisten, sieht eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung vor, daß der Halterungseinrichtung entweder die Gaszuführeinrichtung oder die Gasabführeinrichtung zugeordnet ist. Für den Fall, daß die Halterungseinrichtung mit der Gaszuführeinrichtung versehen ist, ist die Gasabführeinrichtung außerhalb der Halterungseinrichtung innerhalb der Reaktionskammer, vorzugsweise im Bereich der Stirnflächen oder des Mantels, angeordnet. Für den Fall, daß die Gasabführeinrichtung der Halterungseinrichtung zugeordnet ist, ist die Gaszuführeinrichtung innerhalb der Reaktionskammer, vorzugsweise im Bereich der Stirnseiten oder des Mantels, vorgesehen. Hierdurch wird erreicht, daß das Gas das Haufwerk von innen nach außen bzw. bei der zuvor beschriebenen zweiten Möglichkeiten von außen nach innen durchströmt. Die Gaszuführeinrichtung bzw. Gasabführeinrichtung kann dabei beispielsweise als perforiertes Rohr ausgebildet sein, das gleichzeitig dann als Träger des Wickelkörpers dient.

Eine besonders geeignete Ausführungsform der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, daß der Halterungseinrichtung eine erste Gaszuführeinrichtung und eine erste Gasabführeinrichtung zugeordnet ist, während die Reaktionskammer außerhalb der Halterungseinrichtung vorzugsweise im Bereich des Mantels bzw. der Stirnseiten eine zweite Gaszuführeinrichtung oder zweite Gasabführeinrichtung aufweist. Hierbei wird während einer ersten Behandlungsperiode das Gas über die erste Gaszuführeinrichtung in das Innere des Haufwerkes eingeführt, während es durch die zweite Gasabführeinrichtung abgesaugt wird. Dies führt dazu, daß während der ersten Behandlungsperiode das Haufwerk von innen nach außen durchströmt wird. Während der zweiten Behandlungsperiode wird das Gas durch die zweite Gaszuführeinrichtung von außen auf das Haufwerk gerichtet und innerhalb des Haufwerkes durch die erste Gasabführeinrichtung abgezogen, so daß das Haufwerk während dieser zweiten Behandlungsperiode von außen nach innen mit dem Gas durchströmt wird. Um dies zu erreichen, sind die erste und zweite Gaszuführ- und Gasabführeinrichtungen mit einer ersten und zweiten Ventilanordnung versehen, die derart geschaltet sind, daß die zuvor beschriebene Durchströmung des Haufwerkes erreicht wird. Selbstverständlich ist es auch möglich, die Ventilanordnungen so zu schalten, daß in der ersten Behandlungsperiode das Haufwerk von außen nach innen und in der zweiten Behandlungsperiode das Haufwerk von innen nach außen durchströmt wird.

Vorteilhafte Weiterbildungen des erfindungsgemäßen Verfahrens sowie der erfindungsgemäßen Vorrichtung sind in den Unteransprüchen angegeben.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung wird nachfolgend anhand einer Ausführungsform in Verbindung mit der

Zeichnung näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 eine seitliche schematische Schnittansicht einer ersten Ausführungsform zur Behandlung eines Garnwickelkörpers und

Fig. 2 eine schematische Frontansicht im Schnitt der in Fig. 1 abgebildeten Vorrichtung.

Die in den Fig. 1 und 2 insgesamt mit 1 bezeichnete Vorrichtung ist als zylindrische Reaktionskammer ausgebildet, wobei die zylindrische Reaktionskammer aus Glas besteht und eine stirnseitig angeordnete Beladetür 2 aufweist. Innerhalb der Reaktionskammer ist eine Halterungseinrichtung 5 vorgesehen, die bei der gezeigten Ausführungsform ein als Wickelkörper 3 ausgebildetes Haufwerk haltet. Der Wickelkörper 3 besteht bei der gezeigten Ausführungsform aus einer Garnspule. Hierbei ist das Garn auf eine zylindrische Metallhülse 4 aufgewickelt, die eine Vielzahl von Perforationen 4a besitzt. Die Reaktionskammer weist ferner zwei Gaszuführöffnungen 8 auf, die diametral gegenüberliegend angeordnet sind und sich durch den Glasmantel der Reaktionskammer erstrecken. An seiner der Beladetür entgegengesetzten Stirnseite der Reaktionskammer ist eine Gasabführeinrichtung 6 angeordnet, die mit einer nicht gezeigten Vakuumpumpe verbunden ist.

Dieser Gasabführeinrichtung 6 ist eine Vakuumdruckzelle 7 zugeordnet. Die Glaswandung 12 der Reaktionskammer wird von einem halbschalenförmig ausgebildeten Elektrodenpaar 10 umschlossen, wobei jede Elektrode des Elektrodenpaares sich etwa über den halben Umfang der Glaswandung 12 der Reaktionskammer erstreckt. Die beiden Elektroden 10 sind durch einen Isolator 11 auf Abstand gehalten.

Die zuvor beschriebene Vorrichtung arbeitet wie folgt:

Zunächst wird über die Beladetür 2 der auf die perforierte Hülse 4 aufgewickelte Wickelkörper 3 in die Reaktionskammer eingebracht und mittels der Halterungseinrichtung 5 aus Keramik in der in den Fig. 1 und 2 gezeigten Lage fixiert.

Nach Verschließen der Reaktionskammer wird dieser mittels der nicht gezeigten Vakuumpumpe über die Gasabführeinrichtung 6 bis auf einen Gasdruck von etwa 5 Pa evakuiert, wobei dieser Druck über die Meßeinrichtung 7 bestimmt wird.

Anschließend wird durch die beiden Gaszuführeinrichtungen 8 das Gas, vorzugsweise Sauerstoff, ständig zugeführt, während die Gasabführeinrichtung 6 ständig die Reaktionskammer evakuiert. Durch Variation der Gaszuführmenge und der Einstellung der Saugleistung der Vakuumpumpe ist es möglich, jeden beliebigen Druckverlauf während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung einzustellen, wie dies vorstehend beschrieben ist.

Durch Anlegen einer Hochfrequenzspannung an das Elektrodenpaar 10 wird ein Plasma gezündet, wobei die Frequenz und Leistungsdichten zuvor beschrieben sind. Am Ende der Behandlung werden die Sauerstoffzufuhr und die Spannungsversorgung der Elektroden unterbrochen und die Reaktionskammer wird über die Gaszuführleitungen 8 belüftet, so daß nach Abstellen der Vakuumpumpe der behandelte Wickelkörper entnommen werden kann.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zum Behandeln von Flächengebilden bzw. von für die Herstellung der Flächengebilde verwendeten Fasern, Filamenten und/oder Garnen

mit Hilfe eines Niedertemperatur-Plasmas, das man in Anwesenheit eines reaktionsfähigen Gases bei einem Druck zwischen  $10^{-1}$  Pa bis  $10^3$  Pa und einer Frequenz zwischen 1 MHz und 81,36 MHz oder von 2,54 GHz während einer gesamten Behandlungszeit von 2 bis 30 Minuten durchführt, dadurch gekennzeichnet, daß

man vor der Niedertemperatur-Plasmabehandlung aus den Flächengebilden, Fasern, Filamenten bzw. Garnen ein Haufwerk herstellt, man das in der Vorrichtung stationär verbleibende Haufwerk der Niedertemperatur-Plasmabehandlung unterwirft und man während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung das Haufwerk mit einem Gas durchströmt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Druck zwischen 5 Pa und 500 Pa und die Frequenz zwischen 1 MHz und 81,36 MHz gewählt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einem Druck zwischen 50 Pa und 300 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 200 Pa, durchführt.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man bei der Niedertemperatur-Plasmabehandlung während einer ersten Behandlungsperiode einen Druck zwischen 5 Pa und 20 Pa, vorzugsweise zwischen 70 Pa und 120 Pa, und während einer sich hieran anschließenden zweiten Behandlungsperiode einen Druck zwischen 130 Pa und 250 Pa, vorzugsweise zwischen 130 Pa und 200 Pa, einstellt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man die erste und zweite Behandlungsperiode mehrfach abwechselnd wiederholt.

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß man beim Übergang von der ersten Behandlungsperiode in die zweite Behandlungsperiode und beim Übergang von der zweiten Behandlungsperiode in die erste Behandlungsperiode den Druck kontinuierlich erhöht bzw. absenkt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man für die erste und zweite Behandlungsperiode jeweils eine Zeit zwischen 10 Sekunden und 160 Sekunden, vorzugsweise zwischen 20 Sekunden und 60 Sekunden, auswählt.

8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man zu Beginn der Niedertemperatur-Plasmabehandlung einen Druck einstellt, der geringer ist als der Druck während der Niedertemperatur-Plasmabehandlung, und man anschließend das Gas bis zum Erreichen des erforderlichen Behandlungsdruckes zuführt.

9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Frequenz von 13,56 MHz, 27,12 MHz oder 40,68 MHz durchführt.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Leistungsdichte zwischen  $2 \text{ W/dm}^3$  und  $25 \text{ W/dm}^3$ , vorzugsweise zwischen  $8 \text{ W/dm}^3$  und  $14 \text{ W/dm}^3$ ,

durchführt.

11. Weitere Ausgestaltung des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Niedertemperatur-Plasmabehandlung bei einer Frequenz von 2,45 GHz, bei einem Druck von vorzugsweise 70 Pa bis 120 Pa, und bei einer Leistungsdichte zwischen  $0,1 \text{ W/dm}^3$  und  $5 \text{ W/dm}^3$ , vorzugsweise zwischen  $1,5 \text{ W/dm}^3$  und  $3 \text{ W/dm}^3$ , durchführt.

12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man als reaktionsfähiges Gas  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{CCl}_4$ ,  $\text{CF}_3\text{Cl}$ ,  $\text{CF}_4$  und/oder  $\text{SF}_6$  auswählt.

13. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man das Haufwerk durch Aufwickeln der Flächengebilde, Filamente bzw. Garne auf eine perforierte Hülse, vorzugsweise eine perforierte Metallhülse, herstellt.

14. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß man das Haufwerk abwechselnd von außen nach innen und von innen nach außen mit dem Gas durchströmt.

15. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei die Vorrichtung eine im wesentlichen zylindrische Reaktionskammer, mindestens zwei mit Abstand voneinander angeordnete Elektroden, eine Spannungsquelle für die Elektroden, eine mit einer Gasabführeinrichtung verbundenen Vakuumquelle und eine Gaszuführeinrichtung umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß innerhalb der Vorrichtung eine Halterungseinrichtung (5) für das Haufwerk (3) vorgesehen ist und die Elektroden (10) derart in der Reaktionskammer angeordnet sind, daß sich das Haufwerk (3) zwischen den Elektroden erstreckt.

16. Vorrichtung nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Elektroden (10) im Querschnitt bogenförmig gekrümmt sind und nahezu vollständig die Halterungseinrichtung (5) umschließen.

17. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktionskammer aus zwei metallischen Halbschalen besteht, die über eine Isolationsschicht miteinander verbunden sind, und die Halbschalen oder Bereiche der Halbschalen die Elektroden (10) bilden.

18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Halterungseinrichtung (5) eine zylindrische perforierte Hülse (4) umfaßt, innerhalb der perforierten Hülse mindestens eine Elektrode vorgesehen ist und die metallische Wandung der Reaktionskammer die Gegenelektrode bildet.

19. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Halterungseinrichtung (5) eine zylindrisch perforierte Hülse (4) umfaßt, die perforierte Hülse (4) aus zwei, gegeneinander isolierten Halbschalen besteht und jede Halbschale jeweils eine Elektrode bildet.

20. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß eine Elektrode aus einer Reihe, vorzugsweise zwischen 4 und 12, Einzelelektroden gebildet ist.

21. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis

20, dadurch gekennzeichnet, daß der Halterungseinrichtung (5) die Gaszuführeinrichtung (8) oder die Gasabführeinrichtung (6) zugeordnet ist.

22. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Gaszuführeinrichtung (8) 5 oder die Gasabführeinrichtung (6) als perforierte Hülse zur Aufnahme des Haufwerkes ausgebildet ist.

23. Vorrichtung nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, daß 10 der Halterungseinrichtung (5) eine erste Gaszuführeinrichtung (8) und eine erste Gasabführeinrichtung (6) zugeordnet sind und außerhalb der Halterungseinrichtung (5) in der Reaktionskammer eine zweite Gaszuführeinrichtung 15 und eine zweite Gasabführeinrichtung vorgesehen sind.

24. Vorrichtung nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß die zweite Gaszuführeinrichtung und die zweite Gasabführeinrichtung im Bereich 20 der Innenwandung der Reaktionskammer vorgesehen sind.

25. Vorrichtung nach Anspruch 23 und 24, dadurch gekennzeichnet, daß 25 die erste und zweite Gaszuführeinrichtung eine erste Ventilanordnung und die erste und zweite Gasabführeinrichtung eine zweite Ventilanordnung aufweisen und die beiden Ventilanordnungen derart vorgesehen sind, daß, wenn die erste Gaszuführeinrichtung und 30 die zweite Gasabführeinrichtung geschlossen sind, das Gas über die zweite Gaszuführeinrichtung zugeführt und die erste Gasabführeinrichtung abgeführt wird und umgekehrt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

35

40

45

50

55

60

65



